

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004 年 10 月 7 日 (07.10.2004)

PCT

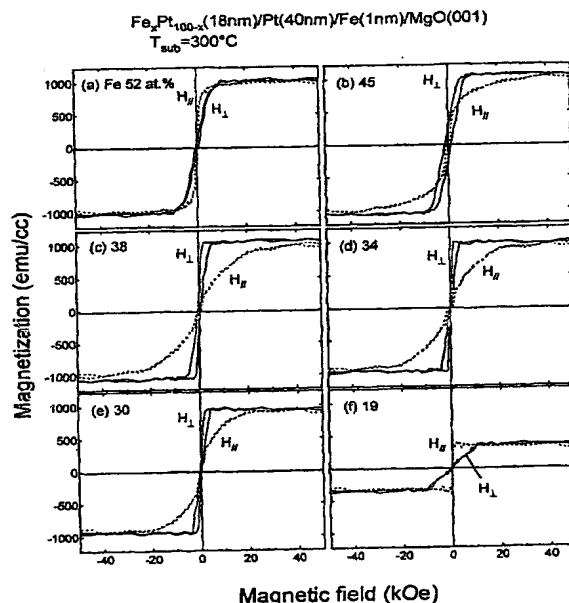
(10) 国際公開番号
WO 2004/086427 A1

- (51) 国際特許分類⁷: H01F 10/14, 41/18 (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 関 剛斎 (SEKI, Takeshi) [JP/JP]; 〒980-0812 宮城県 仙台市 青葉区片平 2-1-1 東北大学金属材料研究所内 Miyagi (JP). 嶋 敏之 (SHIMA, Toshiyuki) [JP/JP]; 〒980-0812 宮城県 仙台市 青葉区片平 2-1-1 東北大学金属材料研究所内 Miyagi (JP). 高梨 弘毅 (TAKANASHI, Koki) [JP/JP]; 〒980-0812 宮城県 仙台市 青葉区片平 2-1-1 東北大学金属材料研究所内 Miyagi (JP). 宝野 和博 (HONO, Kazuhiro) [JP/JP]; 〒305-0047 茨城県 つくば市 千現 1 丁目 2 番 1 号 独立行政法人物質・材料研究機構内 Ibaraki (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/004152
- (22) 国際出願日: 2004 年 3 月 25 日 (25.03.2004)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2003-87789 2003 年 3 月 27 日 (27.03.2003) JP
特願2003-313158 2003 年 9 月 4 日 (04.09.2003) JP
- (74) 代理人: 西澤 利夫 (NISHIZAWA, Toshio); 〒107-0062 東京都 港区 南青山 6 丁目 1 番 1 号 スリーエフ南青山ビルディング 7 F Tokyo (JP).
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 独立行政法人物質・材料研究機構 (NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE) [JP/JP]; 〒305-0047 茨城県 つくば市 千現 1 丁目 2 番 1 号 Ibaraki (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR,

[続葉有]

(54) Title: FePt MAGNETIC THIN FILM HAVING PERPENDICULAR MAGNETIC ANISOTROPY AND METHOD FOR PREPARATION THEREOF

(54) 発明の名称: 垂直磁気異方性を有する FePt 磁性薄膜とその製造方法



(57) Abstract: A FePt magnetic thin film, characterized in that it has an atomic composition represented by the following formula: $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ wherein $19 < x < 52$; and a method for preparing the FePt magnetic thin film. The FePt magnetic thin film is novel, can be formed at a lowered temperature, and further, has perpendicular magnetic anisotropy.

(57) 要約: 原子組成比が、次式 $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ ($19 < x < 52$) で表わされる FePt 磁性薄膜とし、より低い温度での成膜が可能とされ、しかも垂直磁気異方性を有する新しい FePt 磁性薄膜とその製造方法とする。



BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG,

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

垂直磁気異方性を有する FePt 磁性薄膜とその製造方法

技術分野

この出願の発明は、垂直磁気異方性を有する FePt 磁性薄膜とその製造方法に関するものである。

背景技術

近年の高度情報化社会の発展に伴い、大量の情報を処理・記憶することのできる超高密度磁気記録媒体の開発が切望されている。磁気記録媒体に必要とされる特性には、磁氣的に孤立した微粒子構造であること、この微粒子が熱擾乱に打ち勝つこと、一方向に配向していることが挙げられる。特に、磁気記録媒体の高密度化には、強磁性粒子のサイズを低減化する必要がある。しかしながら、強磁性微粒子のサイズを低減させると、室温において熱擾乱が支配的になる臨界粒径が存在するため、磁気記録が不安定になる。このような観点から、巨大な一軸結晶磁気異方性 ($K_u=7.0 \times 10^7 \text{ erg/cc}$) を有する L10 構造 FePt 規則合金は、ナノサイズの超微細粒子であっても強磁性を維持でき、このため次世代の超高密度磁気記録媒体用材料として多くの注目を集めている。

FePt 規則合金はその高い一軸磁気異方性より磁石としての用途もある。FePt は Nd や Sm 系などの希土類磁石と比較して、耐食性および耐酸化性に優れている。希土類磁石では耐食性や耐酸化性の向上のために元素を添加するが、この添加元素により磁気特性が劣化する。しかし FePt では添加元素の必要が無く、FePt そのものの磁気特性が磁石特性に反映されるため、非常に有利である。このような耐食性に優れた薄膜磁石が実現されれば、超小型電磁気部品、マイクロマシン用超小型磁石、歯科用アタッチメント、神経等に局部的に磁界を印加する医科療法や体内へ微小量の薬品を投与するドラッグデリバリーシステム用のポンプなど

への応用が期待される。

だが、L10 構造は室温において熱力学的に安定であるが、スパッタ法により作製した FePt 薄膜は、その作製過程において高温に存在する規則-不規則変態点を経っていないため規則構造に変態する（規則化する）ことができない。このため、L10 規則構造を得るためには加熱した基板上に成膜をおこなう、または成膜後の不規則合金薄膜を熱処理するなど、通常 500℃を超える高温プロセスが必要となる。しかしながら、現在ハードディスク装置に使用されている材料はそのような高温に対する耐性を有しておらず、高温プロセスは実用的な観点から大きな障害となっている。

近年、そのプロセス温度を低減されるための合成法が多く報告されているが、これらの低温合成法は、第三元素添加による磁気特性の低下、結晶配向制御、プロセスの複雑化などの問題が生じる。また、これらの合成法の多くが主に化学量論組成の $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ 、または Fe-rich の組成でおこなわれている（非特許文献 1）。

また最近、高橋らは 300℃に加熱した基板にスパッタ成膜をおこなうことにより L10 構造を持つ FePt 薄膜を低温合成することに成功しているが（非特許文献 2、特許文献 1）、その後の研究により、この低温合成には膜厚依存性があり、膜厚が 100nm 以上でなければ規則化が進みにくいことがわかってきた。

非特許文献 1 : M. Watanabe, M. Homma and T. Masumoto, Trans. J. Magn. Mater. 177, 1231 (1998)。

非特許文献 2 : Y. K. Takahashi, M. Ohnuma, and K. Hono, Jpn. J. Appl. Phys. 40, L367 (2001)

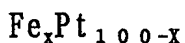
特許文献 1 : 特開 2003-99920 号公報

発明の開示

そこでこの出願の発明は、以上のとおりの従来技術の問題点を解消し、より低い温度での成膜が可能とされ、しかも垂直磁気異方性を有する新

しい FePt 磁性薄膜とその製造方法を提供することを課題としている。

この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、第 1 には、原子組成が、次式



$$(19 < x < 52)$$

で表わされることを特徴とする FePt 磁性薄膜を提供する。

また、この出願の発明は、第 2 には、100nm 未満の膜厚で L10 構造を有することを特徴とする上記の FePt 磁性薄膜を提供する。

第 3 には、単結晶基板またはその表面の酸化物下地層の上に成膜されていることを特徴とする FePt 磁性薄膜を、第 4 には、下地層としての遷移金属および貴金属のうちの 1 種または 2 種以上による薄層を介して成膜されている FePt 磁性薄膜を、第 5 には、薄層が、単層または多層であることを特徴とする FePt 磁性薄膜を、第 6 には、薄層が、Fe、Ag、Ni、Co および Cr のうちの 1 種または 2 種以上からなる層と、Au、Pt、および Cu のうちの 1 種または 2 種以上からなる層とにより構成されていることを特徴とする FePt 磁性薄膜を提供する。

そして、この出願の発明は、第 7 には、以上の FePt 磁性薄膜の製造方法であって、単結晶基板、酸化物下地層を設けた基板、あるいは下地層としての遷移金属および貴金属のうちの 1 種または 2 種以上による薄層を設けた基板に、温度 240℃～500℃の範囲でスパッタ成膜することを特徴とする FePt 磁性薄膜の製造方法を、第 8 には、温度 300℃以下でスパッタ成膜することを特徴とする FePt 磁性薄膜の製造方法を提供する。

以上のとおりのこの出願の発明は、発明者による検討の結果得られた全く新しい知見に基づいて完成されている。すなわち、スパッタ法により FePt 薄膜を作製する際に、組成を $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ (at. %) の化学量論組成から Pt-rich 側にずらすことにより、膜面垂直方向に配向し、かつ結晶磁気異方性が大きい FePt 規則合金薄膜の低温合成を可能としている。

すなわち、この出願の発明では、低温における FePt の規則化の組成

依存性に着目し、スパッタ法を用いて実用的な基板温度において広範囲な組成領域の FePt 薄膜の成膜を可能とし、FePt 薄膜の膜厚依存性がなく、10nm 以下の超薄膜においても L10 構造の FePt を成膜可能としている。さらに基板とエピタキシャル成長させることにより、膜面垂直方向に一軸磁気異方性を有する L10 構造 FePt 薄膜を創製することにより成功している。従来の低温製造法と比して、FePt 相の組成を変化させるだけの簡便な手法により、配向制御された L10 構造 FePt 規則合金薄膜が低温で作製できることが大きな違いである。また、この簡便な手法により非常に大きな結晶磁気異方性を実現している。

図面の簡単な説明

図 1 は、実施例 1 の FePt 薄膜の X 線回折パターンを示した図である。

図 2 は、実施例 2 における磁化曲線を示した図である。

図 3 は、実施例 3 における FePt 薄膜の、a 軸と c 軸方向の面間隔、 c/a (軸比)、規則度 S、および結晶磁気異方性定数 Ku の組成依存度を示した図である。

図 4 は、実施例 4 における $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の X 線回折パターンを示した図である。

図 5 は、実施例 5 における FePt 薄膜の磁化曲線を示した図である。

図 6 は、実施例 6 における $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の X 線回折パターンを示した図である。

図 7 は、実施例 7 における $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の磁化曲線を示した図である。

図 8 は、実施例 8 における $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の X 線回折パターンを示した図である。

図 9 は、実施例 9 における X 線回折パターンを示した図である。

図 10 は、実施例 9 における磁化曲線を示した図である。

図 11 は、実施例 10 における Ku と格子不整合との関係を示した図である。

図 1 2 は、実施例 1 1 における磁化の温度依存性を示した図である。

図 1 3 は、実施例 1 1 における Fe 濃度とキュリー温度 T_c との関係を示した図である。

発明を実施するための最良の形態

この出願の発明は上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。

まず、この出願の発明における FePt 磁性薄膜については、高い一軸磁気異方性をしめす組成領域が必要である。そのため、FePt 相の合金組成（原子比）を $\text{Fe}_x\text{Pt}_{1.00-x}$ で $19 < x < 52$ とすることが必要である。

また、超小型電子部品などへの工業的な応用を考慮すると、膜厚をできるだけ薄くすることが望ましい。この出願の発明によれば、従来法と異なり、100nm の膜厚を必要とせず

、2 nm から 100nm の範囲で L10 構造の薄膜を成膜することができる。

基板上に成膜される FePt 薄膜に磁気異方性を付与するためには、結晶方向を制御することが必要とされるが、これは単結晶基板を選択することで容易に可能となる。磁化容易軸を垂直に配向させるには MgO (001) のほかに NaCl (001)、GaAs (001) などが好適な単結晶基板として挙げられる。また、単結晶以外のガラス基板等の各種のものを用いた場合においても、MgO または ZnO 等の酸化物の下地層をこれら基板の表面に配設することにより配向制御が容易となる。

この出願の発明においては、FePt 薄膜の成膜に際しては、基板、そしてその表面上に配設される酸化物やその他の物質からなる下地層の選択が重要となる。

規則相が得られる FePt 相に対する基板や下地層の選択については、FePt 相の配向制御および規則化の促進の観点も考慮される。この出願の発明においては、このような観点から、基板（好適には単結晶基板または酸化物下地層を有する基板）の上に、下地層としての、遷移金属または貴金属のうちの 1 種または 2 種以上による薄層を介して FePt 磁性薄

膜を成膜することも考慮される。

この場合の薄層は単層または多層でよいが、薄層が、Fe、Ag、Ni、Co および Cr のうちの 1 種または 2 種以上からなる層（これをシード層と呼ぶことができる）と、Au、Pt、および Cu のうちの 1 種または 2 種以上からなる層（バッファ層と呼ぶことができる）とにより構成されていることがより好適な形態として考慮される。シード層については、0.2 から 2 nm の膜厚が、また、バッファ層については、5 ～ 50 nm の膜厚が好適なものとして考慮される。

これらの遷移金属の貴金属の下地層については、FePt 層との格子不整合の大きな下地層を選択することで、Pt リッチ側組成領域において、より高い規則度および大きな垂直磁気異方性が得られることが考慮される。また、選択する下地層により異方性の制御が可能である。

もちろん、以上のような下地層の配設は必ずしも必要ではない。FePt 相の規則化の観点から、組成や成膜条件を設定することで、FePt 薄膜の配向制御が可能とされる。たとえば、後述の実施例にも示したように、シード層やバッファ層という下地層を用いなくとも、MgO (001) 単結晶基板上的 FePt 層は配向制御され、Pt リッチ側組成領域において 240℃ ～ 500℃ の温度範囲で規則化が進行する。この際の配向制御のために、たとえば好適には Ar（アルゴン）ガス圧を 3 mTorr ～ 40 mTorr の範囲としてスパッタ成膜することが考慮される。

この出願の発明の FePt 磁性薄膜は、従来に比べてより低い温度でのスパッタ法により製造されるが、FePt 成膜時において、規則相および大きな一軸磁気異方性を実現するためにはある程度の基板温度が必要となる。一方、実用的な観点からはプロセス温度は低温である必要がある。そのためには基板温度を 240℃ から 500℃ の範囲として成膜する必要があるが、300℃ 以下での低温合成が可能ながこの出願の発明の最大の特徴である。

また、高保磁力を有する材料を記録媒体に応用した場合、情報の書き込み（磁化の反転）に対して高磁場が必要となる。そこで、熱アシスト

型磁気記録方式が提案されている。記録媒体をレーザー光などで局所的に加熱することにより、キュリー温度付近まで磁性体の温度を上昇させ、部分的に磁化（情報）を消失させる。このときに外部から磁場を印加しておくことにより、冷却後にその磁場の向きに磁化することができる。このような情報記録方式の動向を考慮すると、キュリー温度を制御することは、熱アシスト方式の磁気記録などへの応用に際して重要となる。そこで、この出願の発明の FePt 薄膜の特徴が生かされることになる。すなわち、Pt リッチ側組成領域において、バルク値よりも低いキュリー温度 T_c を有する FePt 規則合金薄膜の低温合成が可能とされることが出来る。また組成を調整することにより、任意に T_c を制御することができることである。

そこで以下に実施例を示し、さらに詳しく説明する。もちろん、以下の例によって発明が限定されることはない。

実施例

<実施例 1>

到達真空度 1×10^{-9} Torr 以下の UHV 対応マグネトロンスパッタリング装置を用い、MgO (001) 単結晶基板の上に Ar ガス圧 1mTorr で Fe シード層を 1 nm、Pt バッファ層を 40nm 室温で成膜し、その後基板温度 300℃ として Ar ガス圧 5mTorr で 18nm の膜厚でスパッタ成膜した。図 1 は、得られた FePt 薄膜の X 線回折パターンを示したものである。Fe_xPt_{100-x} 相は、 $x = 68$ (a), 62 (b), 52 (c), 45 (d), 38 (e), 34 (f), 30 (g), 19 (h) の組成となっている。(00n) の回折ピークのみを観測できることから、MgO (001) 基板の上に FePt 層が MgO (001) // FePt (001) の方位関係を持って成長していることがわかる。すべての組成の FePt 薄膜において FePt 相の基本反射線である (002) および (004) 回折ピークと、バッファ層の Pt (002) と (004) 回折ピークが観測される。 $x < 45$ の FePt 薄膜において、FePt の超格子反射線である (001) および (003) 回折ピークを観測することができ、L10 構造の FePt 規則合金が得られていることが確認される。

$x=38$ の FePt 薄膜において超格子反射線の積分強度が最も大きくなり、規則化が最も進行していることがわかる。化学量論組成である $\text{Fe}_{50}\text{Pt}_{50}$ 薄膜では超格子反射線が観測されず、化学量論組成の FePt 薄膜においては 300°C という基板温度は規則化をするには低い温度であることがわかる。しかしながら FePt 薄膜の組成を Pt-rich 側にずらすことで規則化が進行し、 300°C の基板温度においても L10 規則構造が得られていることがわかる。低温では、 $19 < x < 52$ の組成領域で FePt の規則化が進行することが明らかとなった。

<実施例 2>

実施例 1 と同様にして、 MgO (001) 単結晶基板上に Fe シード層を 1 nm、Pt バッファ層を 40 nm 室温で成膜し、その後基板温度 300°C として FePt 層を 18 nm の膜厚で成膜した。図 2 には、試料の膜面内方向および膜面垂直方向に測定した磁化曲線を示したものである。 $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ 相は、 $x=52$ (a), 45 (b), 38 (c), 34 (d), 30 (e), 19 (f) の組成となっている。 $x=52$ の FePt 薄膜は膜面内方向が磁化容易軸となっているが、 x を減少させるにつれて磁化容易軸が膜面垂直方向に変化していることがわかる。 $x=38$ の FePt 薄膜の膜面内方向と膜面垂直方向の磁化曲線によって囲まれた領域から算出した結晶磁気異方性定数 K_u は、 $1.8 \times 10^7 \text{ erg/cc}$ と非常に大きな値であった。 $19 < x < 52$ の組成領域において、膜面垂直方向に一軸磁気異方性を有する FePt 薄膜が合成可能であることを明らかにした。

<実施例 3>

図 3 には、実施例 1 と同様にして、 MgO (001) 単結晶基板上に Fe シード層を 1 nm、Pt バッファ層を 40 nm 室温で成膜し、その後基板温度 300°C として 18 nm の膜厚で成膜した $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ 相の a 軸と c 軸方向の面間隔、その c 軸と a 軸の軸比 c/a 、規則度 S 、および結晶磁気異方性定数 K_u の組成依存性を示した。 x を 38 まで増加させることで、 c 面の面間隔は単調に減少し、その後 $38 \leq x \leq 68$ の範囲では一定の値を保っている。一方、 a 面の面間隔は $38 \leq x$ の範囲で一定値をとっており、 x

≥ 38 においては減少している。 c/a からは結晶格子の歪の程度を評価することができる。 c/a の値は $x=38$ において極小値である 0.955 を示し、そのときに S、Ku 共に極大値をとっていることがわかる。

<実施例 4>

図 4 には、実施例 1 と同様にして、MgO (001) 単結晶基板上に Fe シード層を 1 nm、数種の金属・合金のバッファ層を 40nm 室温で成膜し、その後基板温度 300℃として 18nm の膜厚で成膜した $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ 薄膜の X 線回折パターンを示した。バッファ層は Au、AuPt、および Pt を選択した。いずれのバッファ層を用いても、他の面からの回折線は見えず FePt 相の超格子反射線である (001) および (003) 回折ピークを明瞭に観測することができる。このことより、FePt との格子ミスフィットの小さなバッファ層を選択することで、L10 構造を有する FePt 規則合金薄膜の低温合成が可能であることを明らかにした。

<実施例 5>

図 5 には、実施例 1 と同様にして、MgO (001) 単結晶基板上に Fe シード層を 1 nm、バッファ層を 40nm 室温で成膜し、その後基板温度 300℃として 18nm の膜厚で成膜した FePt 薄膜の磁化曲線を示した。バッファ層は Au、AuPt、および Pt を選択した。 $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ の組成は $x=38$ または 52 とした。いずれのバッファ層を用いた場合において、 $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ 薄膜の磁化容易軸が膜面垂直方向となっており、磁化曲線から算出される結晶磁気異方性定数は、 $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$ 薄膜のそれよりも大きな値となっていることがわかる。また、FePt との格子ミスフィットが Pt よりも大きい Au をバッファ層として選択した場合、下地層からの歪の影響により、Pt のバッファ層を用いた場合よりも大きな結晶磁気異方性を有していることがわかる。このことから、バッファ層の選択により異方性を制御することが可能であることがわかる。

<実施例 6>

図 6 には、実施例 1 と同様にして、MgO (001) 単結晶基板上に Fe シード層を 1 nm、Pt バッファ層を 40nm 室温で成膜し、その後基板温度

300℃として膜厚 t を変化させて成膜した $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の X 線回折パターンを示した。 FePt 層の膜厚 t は 9 nm から 54 nm と変化させた。いずれの膜厚においても、 FePt 相の超格子反射線である (001) および (003) 回折ピークが観測されることから、L10 構造を有する FePt 規則合金薄膜が得られている。また膜厚の増加により L10 規則構造に起因するピーク強度が増加していることから、より規則度の高い FePt 薄膜が得られていると考えられる。

<実施例 7>

図 7 には、実施例 1 と同様にして、 MgO (001) 単結晶基板上に Fe シード層を 1 nm、 Pt バッファー層を 40 nm 室温で成膜し、その後基板温度 300℃として膜厚 t を変化させて成膜した $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の磁化曲線を示す。 FePt 層の膜厚 t は 9 nm から 54 nm と変化させた。いずれの FePt 層の膜厚においても、磁化容易軸が膜面垂直方向となっており一軸磁気異方性を持っていることが確認される。また膜厚の増加により困難軸方向（この場合、膜面内方向）の磁化の飽和性が悪くなっていることから結晶磁気異方性が増加していると考えられる。

<実施例 8>

図 8 には、実施例 1 と同様にして、 MgO (001) 単結晶基板上に Fe シード層を 1 nm、 Au バッファー層を 40 nm 室温で成膜し、その後基板温度 240℃と 300℃として 18 nm の膜厚で成膜した $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の X 線回折パターンを示した。基板温度 240℃の $\text{Fe}_{3.8}\text{Pt}_{6.2}$ 薄膜の X 線回折パターンから、 FePt 相の超格子反射線である (001) および (003) 回折ピークを観測することができる。このことから、成膜時の基板温度が 240℃以上の条件において規則化が進行することが明らかとなった。

<実施例 9>

MgO (001) 単結晶基板に対し、 Ar ガス圧 5 mTorr、温度 300℃の条件下に UHV マグネット

ロンスパッタリングにより、 FePt 薄膜を 18 nm 厚みで直接に成膜した。

図 9 は、この薄膜の X 線回折パターンを例示したものである。 Fe_xPt_1

$00-x$ において、 $x=52$ （化学量論組成）、 $x=38$ （非化学量論組成）の薄膜のものを示している。

MgO (001) 基板上に成膜した FePt 薄膜の結果から、FePt (00n) 回折ピークのみ観測される

ことから、試料薄膜が (001) 配向していることが確認される。化学量論組成付近の $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$ 薄膜では、明瞭な FePt (001) および (003) 超格子反射線を観測することができず、規則化が進行していない。しかしながら Pt リッチ側の組成領域である $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ 薄膜においては、明瞭な超格子反射線を観測することができ、L10 規則構造が形成されていることが確認される。

また図 10 は、実線が膜面垂直方向に測定した磁化曲線、破線が膜面内方向に測定した結果を示した図である。 $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$ 薄膜では、膜面垂直方向への垂直磁気異方性を有していないが、Pt リッチ側の組成である $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ 薄膜では、 $K_u=2.7 \times 10^7 \text{ erg/cc}$ という大きな垂直磁気異方性を有している。

たとえば以上の結果から、シード層およびバッファ層を用いなくとも、MgO (001) 単結晶基板上に FePt 層の配向制御を行うことにより、 $\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}$ (in at. %) で $19 < x < 52$ の Pt リッチ側組成領域において、240～500℃の温度範囲で規則化が進行することがわかる。また、このとき配向制御を行うために、成膜中の Ar ガス圧は 3 mTorr から 40 mTorr とすることが好ましいことも確認されている。

<実施例 10>

実施例 1 と同様にして、各種の下地層を有する FePt 薄膜を作成した。これら薄膜について、格子不整合の影響について検討した。図 11 はその結果を示したものであって、Pt リッチ側の組成領域である $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ 薄膜では、格子不整合の大きな下地層を用いることにより、より大きな一軸磁気異方性エネルギーが得られること、一方、化学量論組成付近の $\text{Fe}_{52}\text{Pt}_{48}$ 薄膜では、垂直磁気異方性を得るための最適な下地層との格子不整合が存在することがわかる。

<実施例 11>

MgO (001) 基板に、UHV-マグネトロンスパッタにより、Ar ガス圧 5 mTorr、温度 300℃ の条件下に、Fe シード層 (1 nm)、Pt バッファ層 (40nm) および FePt 薄膜 (18nm) を成膜した。この際の組成は、次の 6 種類とし、各々の場合の磁化の温度依存性を評価した。

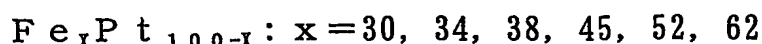


図 12 は、この Pt バッファ層を用いた低温合成 FePt 薄膜における磁化の温度依存性を示したものである。高い規則度および大きな一軸磁気異方性を有していた $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ 薄膜の T_c は 320℃ である。これは、化学量論組成のバルク試料において報告されている $T_c = 480^\circ\text{C}$ (Phys. Z., 36 (1935) 544) よりも低い値である。これより、Pt リッチ側の組成領域において、高規則度・高磁気異方性、およびバルク値よりも低いキュリー温度を有する FePt 規則合金薄膜が低温で合成できることがわかる。

また、図 13 は、Pt バッファ層を用いた低温合成 FePt 薄膜の Fe 濃度 x (at. %) に依存したキュリー温度 T_c の変化を示したものである。X線回折パターンより不規則構造であると考えられる $x=62$ の試料では、 T_c の値が不規則相の文献値 (ASM, International, USA, (1995), p-371) と一致している。化学量論組成付近である $x=52$ では、規則相の T_c と不規則相の T_c の中間値をとっており、十分に規則化が進行していないことがわかる。 $x=38$ において、規則相の文献値とほぼ一致する T_c の値が得られている。

産業上の利用可能性

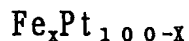
以上詳しく説明したとおり、この出願の発明によって、簡便なプロセスであることに加え、より低温でのプロセスによって、大きな一軸磁気異方性を有する FePt 薄膜が提供される。磁気記録媒体としての薄膜について、従来に比べて大変に有利な技術が提供されることになる。

情報ストレージデバイスの中でもハードディスク装置は特に重要で

あり、大容量磁気記録媒体を期待する市場が既に存在しているが、この市場に対するこの出願の発明の寄与は大変に大きなものとなる。

請求の範囲

1. 原子組成が、次式



$$(19 < x < 52)$$

で表わされることを特徴とする FePt 磁性薄膜。

2. 100nm 未満の膜厚で L10 構造を有することを特徴とする請求項 1 の FePt 磁性薄膜。
3. 単結晶基板またはその表面の酸化物下地層の上に成膜されていることを特徴とする請求項 1 または 2 の FePt 磁性薄膜。
4. 下地層としての遷移金属および貴金属のうちの 1 種または 2 種以上による薄層を介して成膜されている請求項 3 の FePt 磁性薄膜。
5. 薄層が、単層または多層であることを特徴とする請求項 4 の FePt 磁性薄膜。
6. 薄層が、Fe、Ag、Ni、Co および Cr のうちの 1 種または 2 種以上からなる層と、Au、Pt、および Cu のうちの 1 種または 2 種以上からなる層とにより構成されていることを特徴とする請求項 5 の FePt 磁性薄膜。
7. 請求項 1 ないし 6 のいずれかの FePt 磁性薄膜の製造方法であって、単結晶基板、酸化物下地層を設けた基板、あるいは下地層としての遷移金属および貴金属のうちの 1 種または 2 種以上による薄層を設けた基板に、温度 240℃～500℃の範囲でスパッタ成膜することを特徴とする FePt 磁性薄膜の製造方法。
8. 温度 300℃以下でスパッタ成膜することを特徴とする請求項 7 の FePt 磁性薄膜の製造方法。

図 1

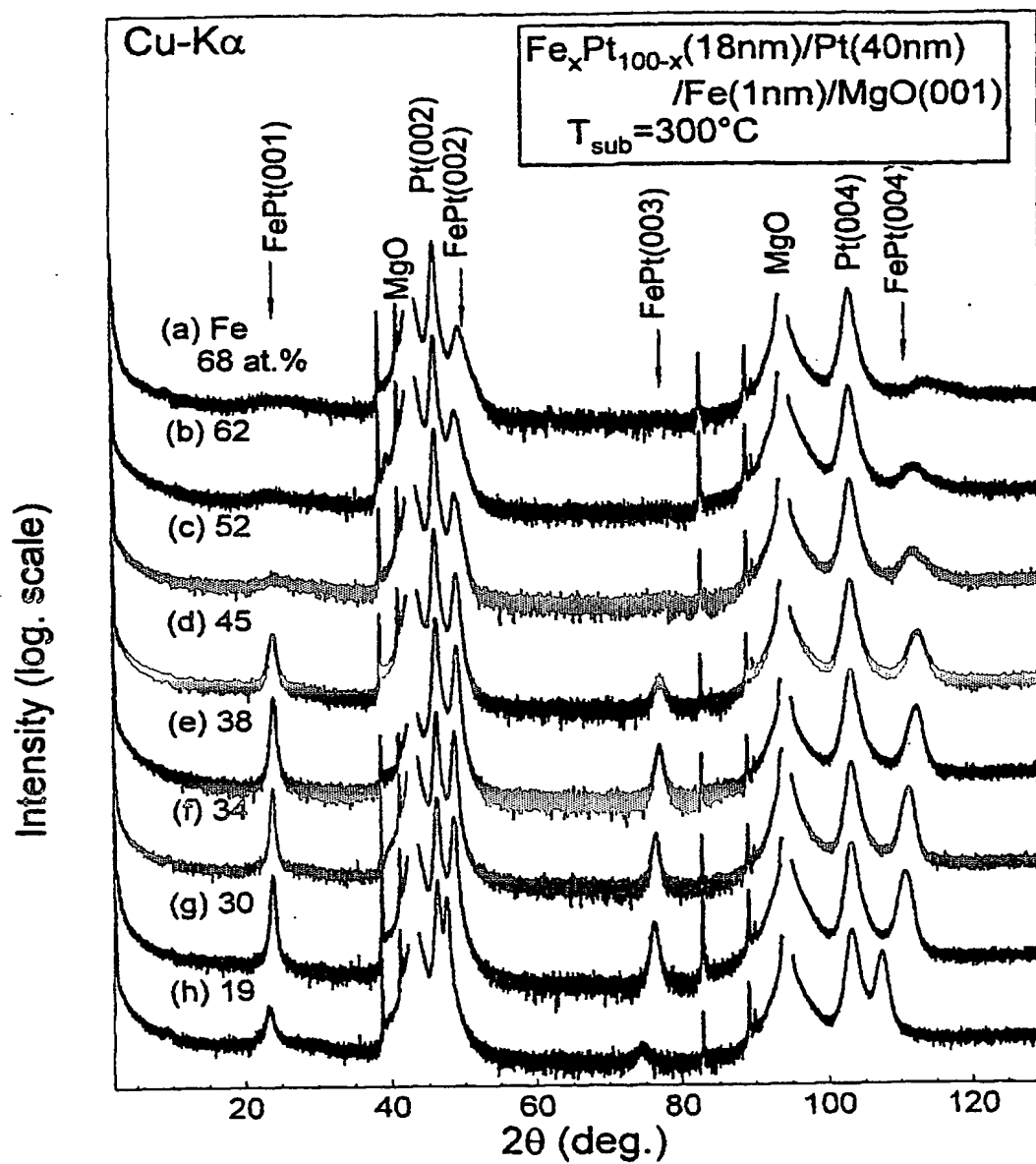


図 2

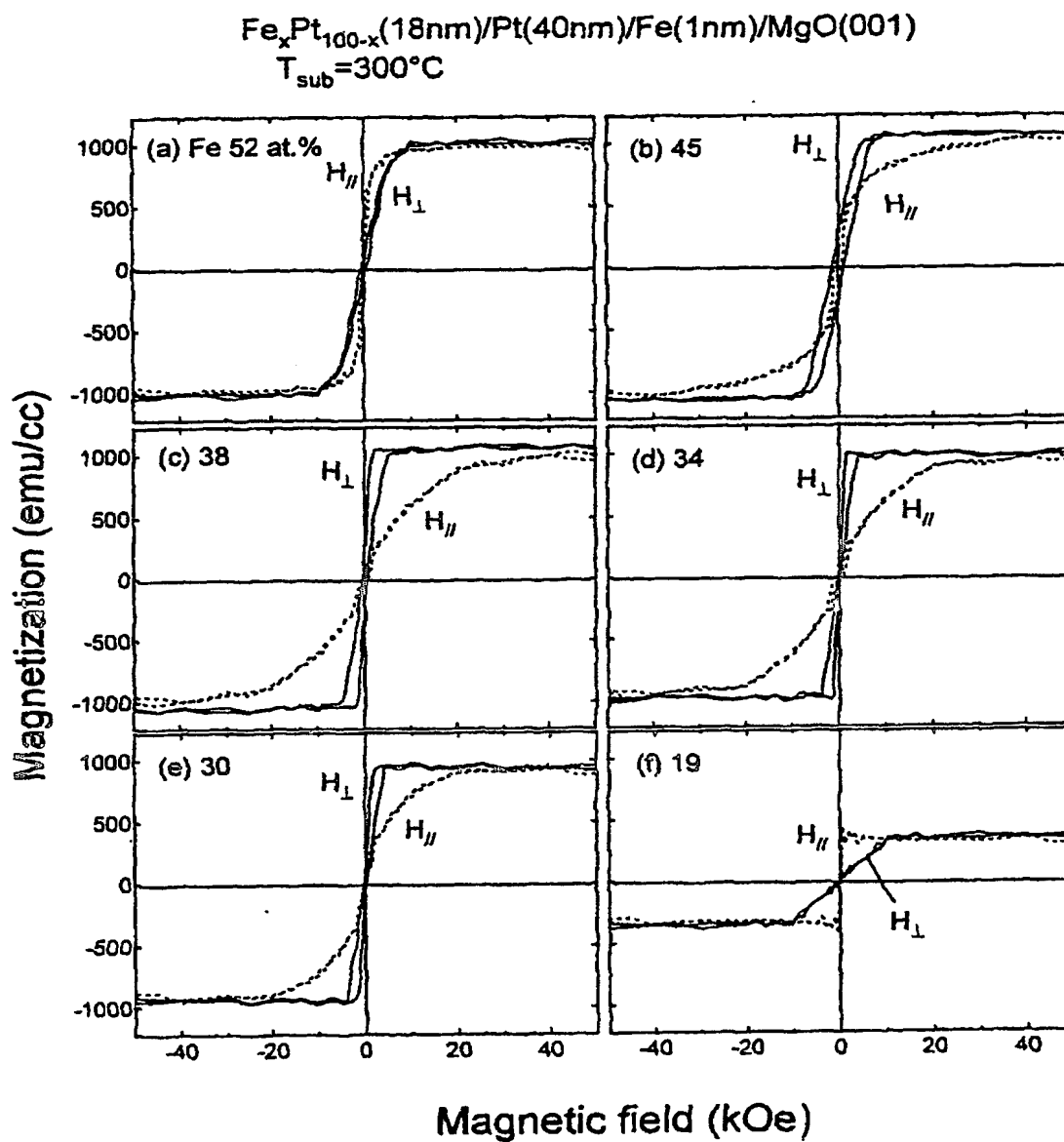
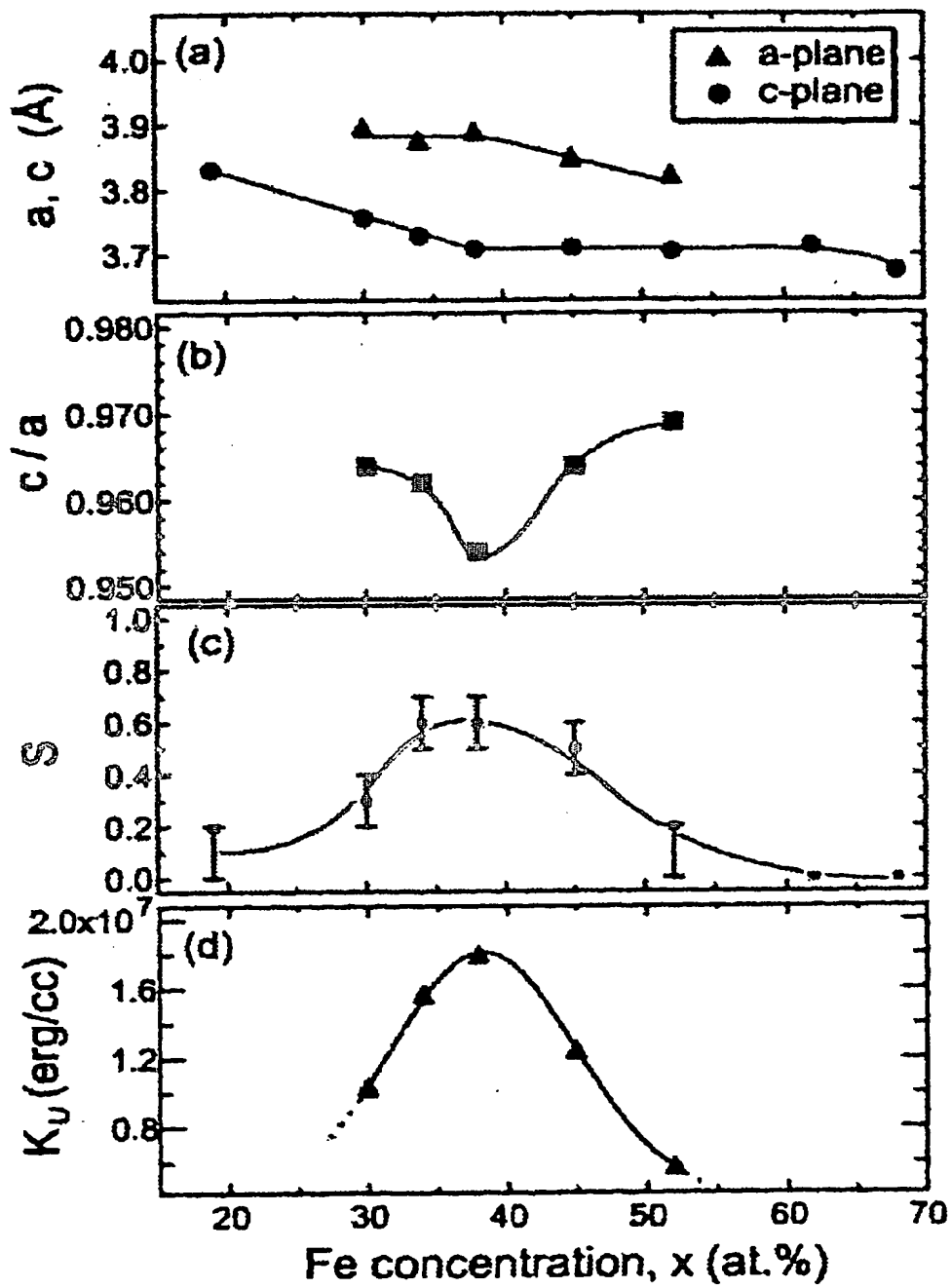


図 3



⊗ 4

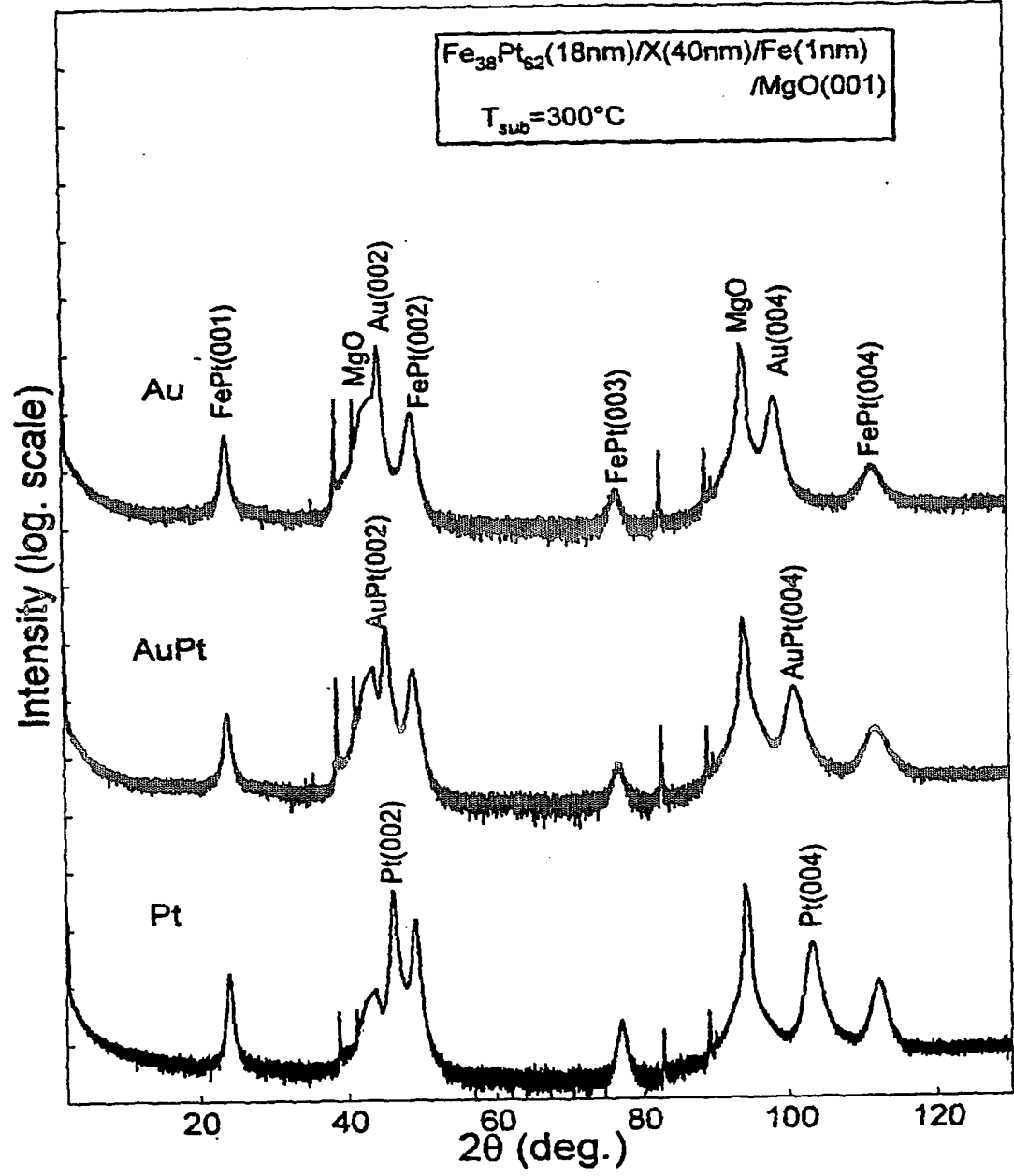


図 5

$\text{Fe}_x\text{Pt}_{100-x}(18\text{nm})/\text{X}(40\text{nm})/\text{Fe}(1\text{nm})/\text{MgO}(001)$
 $T_{\text{sub}}=300^\circ\text{C}$

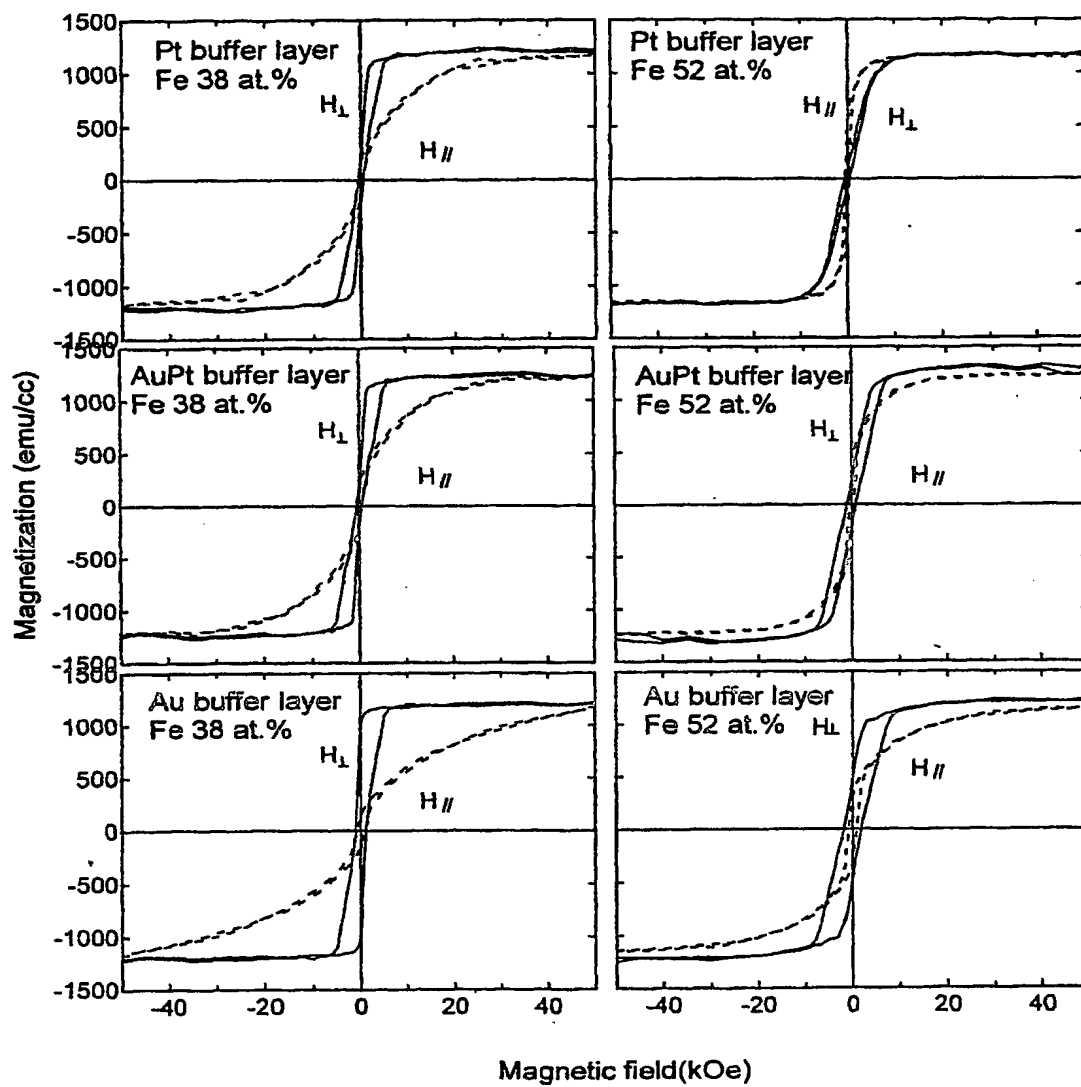


図 6

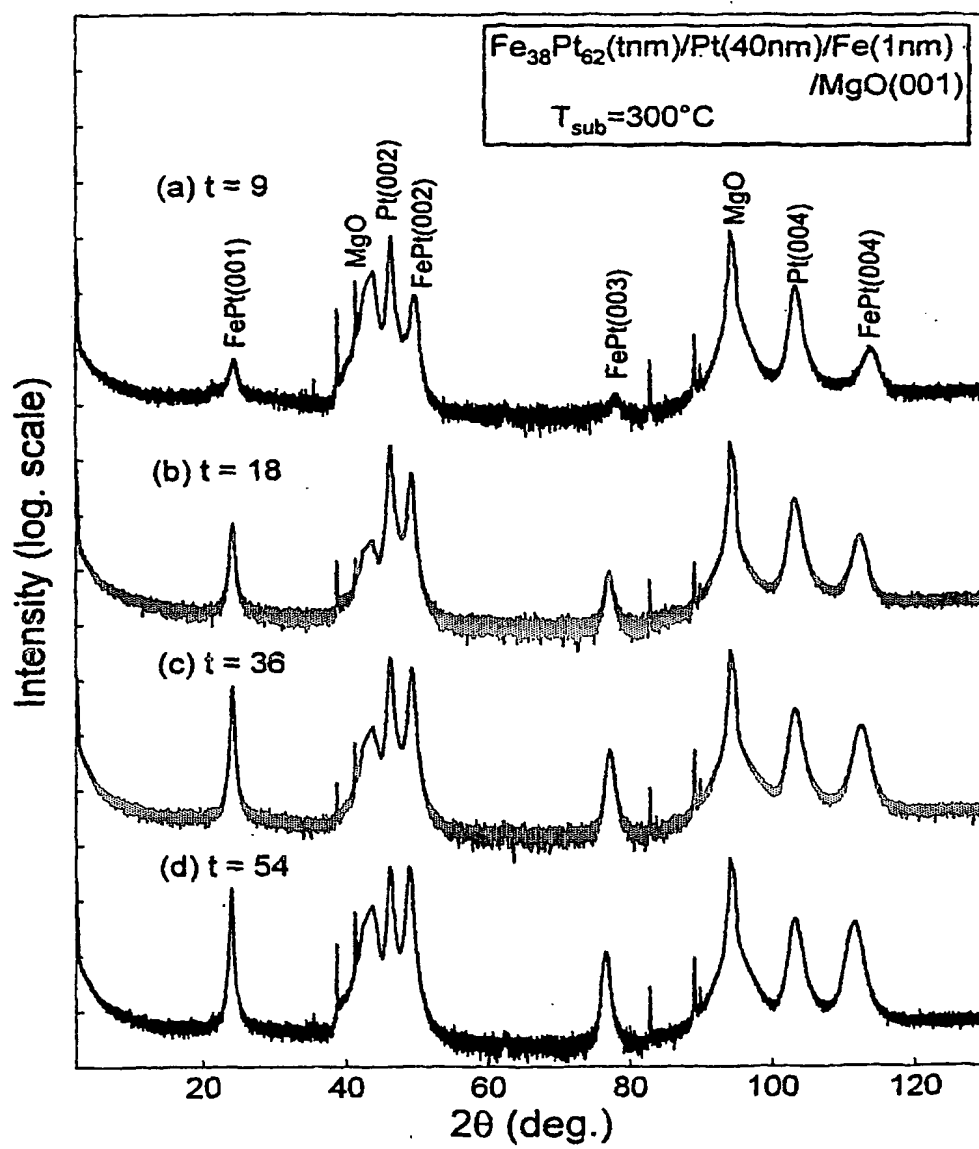


図 7

$\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ (t nm)/Pt(40nm)/Fe(1nm)/MgO(001)
 $T_{\text{sub}}=300^\circ\text{C}$

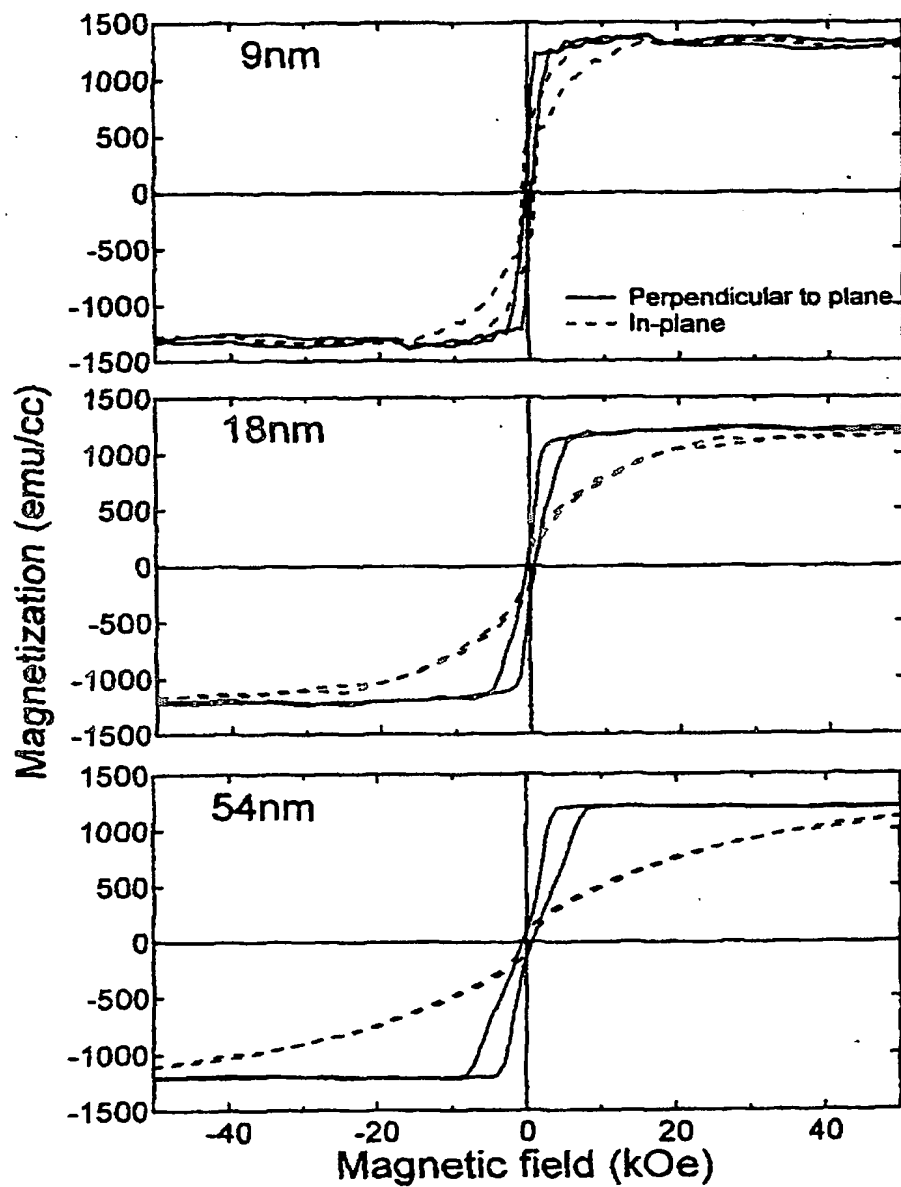
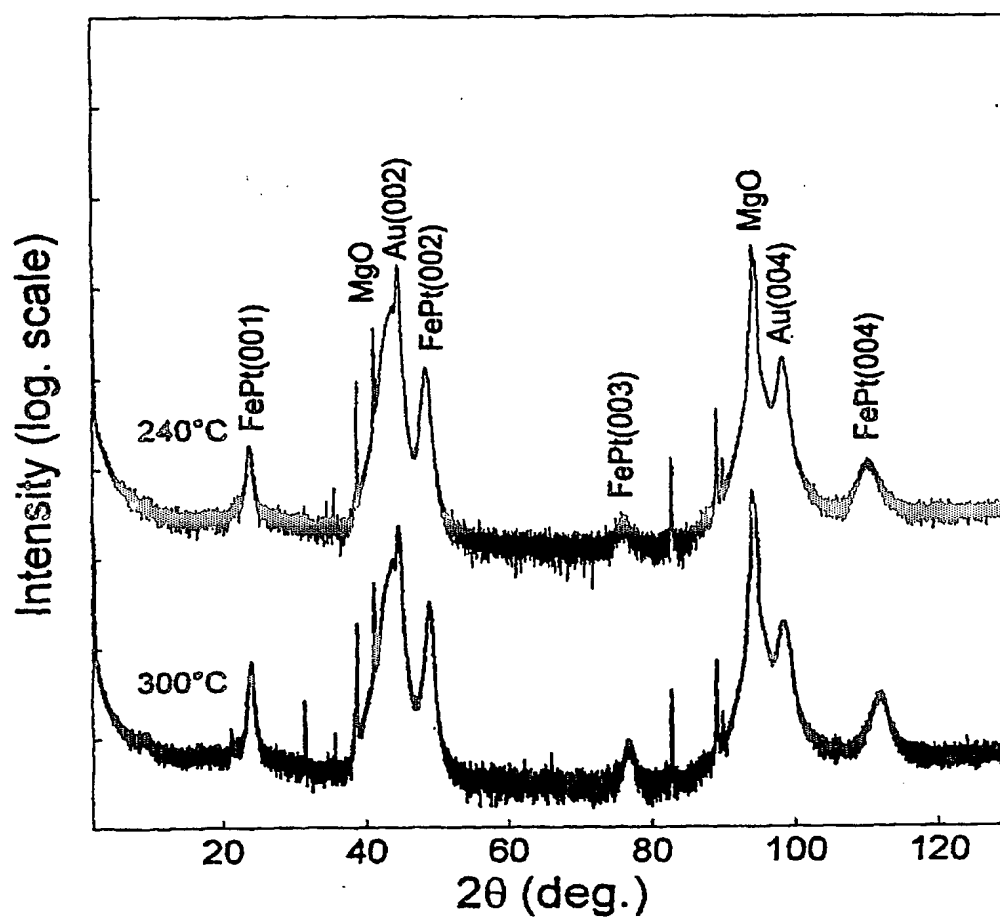
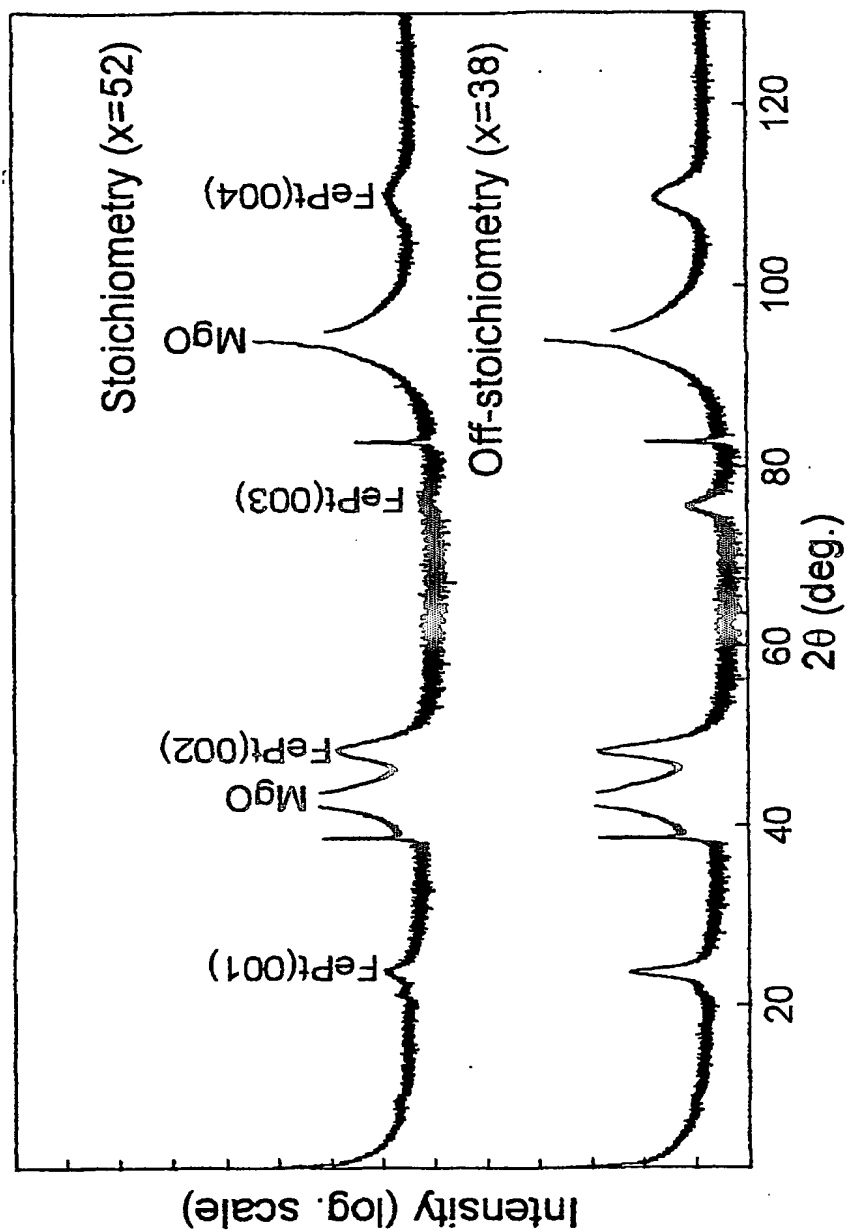


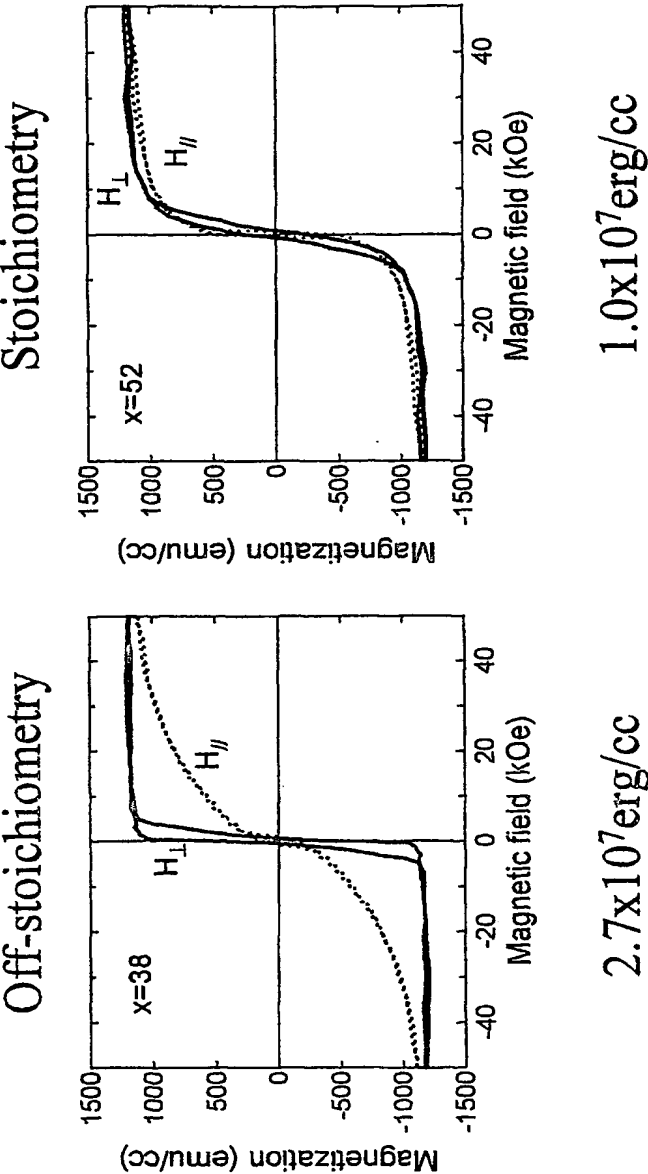
図 8

 $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$ (18nm) / Au (40nm) / Fe (1nm) / MgO(001)

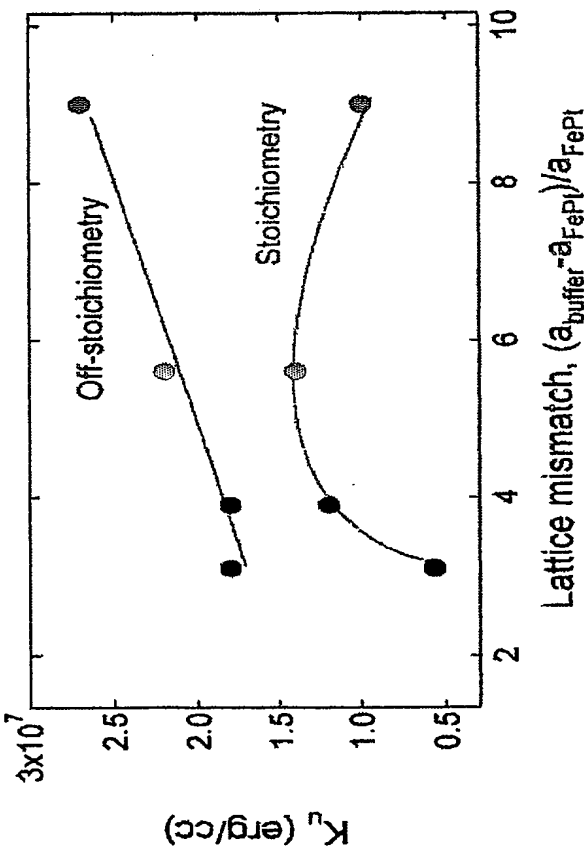
6



10



1 1



| | a (Å) | Δa(%) |
|------|-------|-------|
| FePt | 3.852 | - |
| Pt | 3.973 | 3.1 |
| PtAu | 4.001 | 3.9 |
| Au | 4.069 | 5.6 |
| MgO | 4.200 | 9.0 |

* c(FePt)=3.713

図 12

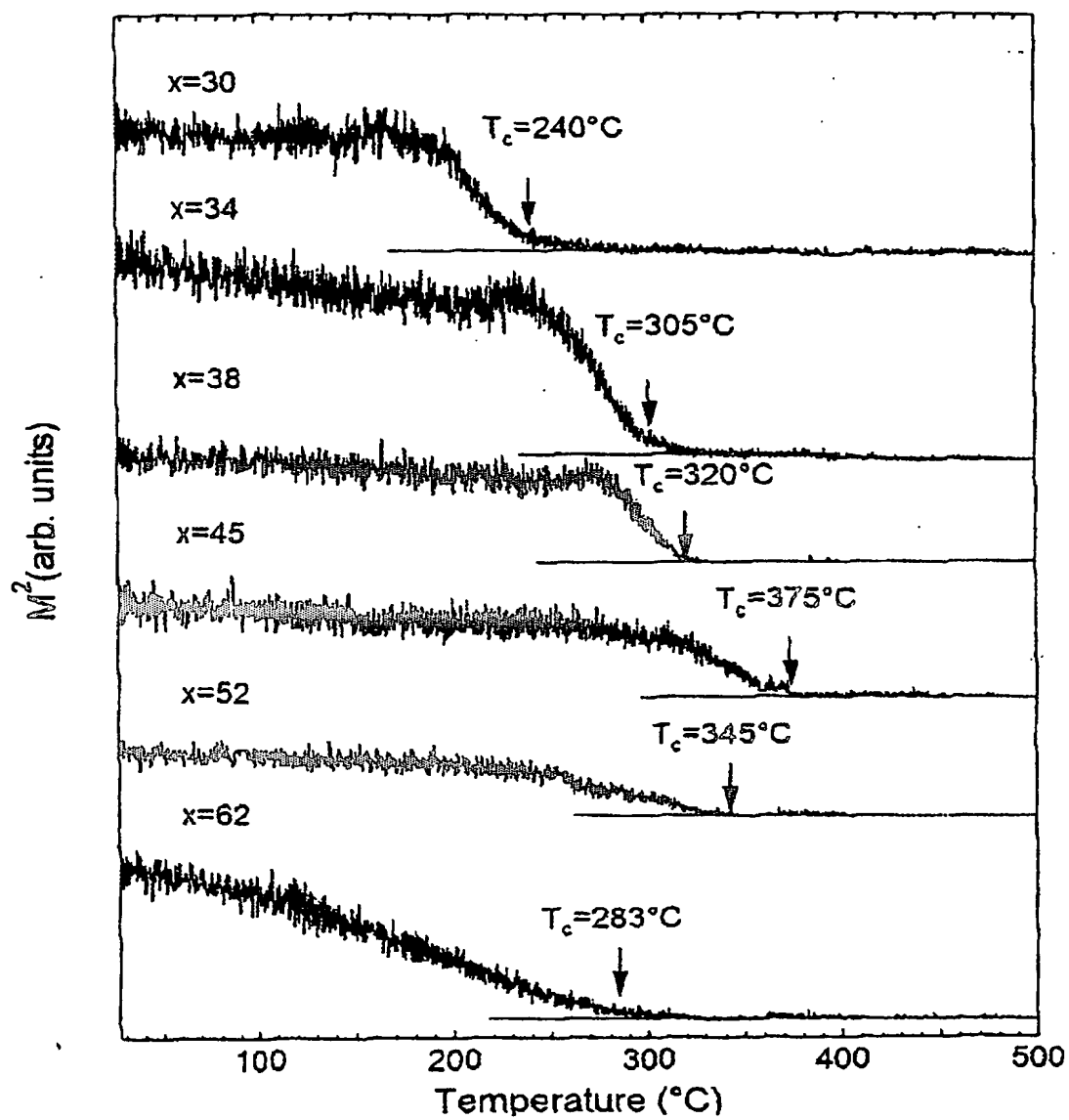
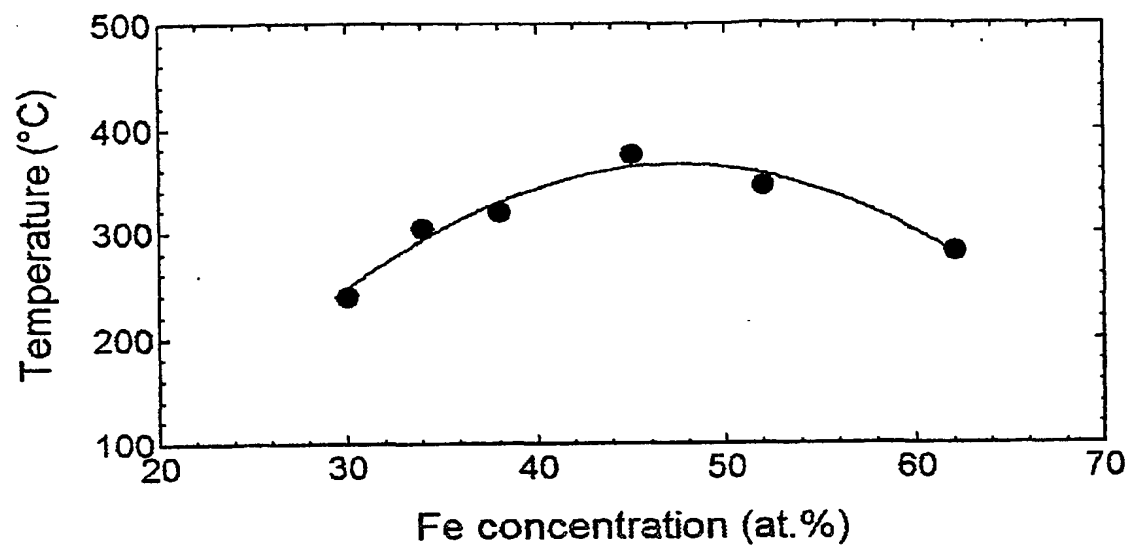


図 13



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/004152

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ H01F10/14, 41/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ H01F10/14, 41/18Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| X Y | JP 2001-101645 A (Akita-Ken), 13 April, 2001 (13.04.01), Full text; Figs. 1 to 10 (Family: none) | 1-5, 7-8 6 |
| Y | JP 2002-208129 A (Hitachi Maxell, Ltd.), 26 July, 2002 (26.07.02), Par. Nos. [0026] to [0031]; Fig. 1 & WO 02/39433 A & AU 1274302 A | 6 |
| A | JP 6-224038 A (The Research Institute for Electric and Magnetic Materials), 12 August, 1994 (12.08.94), Par. Nos. [0006], [0014] to [0015]; Figs. 1 to 4 (Family: none) | 1 |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
14 April, 2004 (14.04.04)Date of mailing of the international search report
27 April, 2004 (27.04.04)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/004152

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| A | JP 2002-216330 A (Toshiba Corp.), 02 August, 2002 (02.08.02), Par. Nos. [0025] to [0035]; Figs. 1, 4, 9 & US 2002-098383 A | 1 |

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01F 10/14, 41/18

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ H01F 10/14, 41/18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2004年

日本国登録実用新案公報 1994-2004年

日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--|------------------|
| X | J P 2001-101645 A (秋田県) 2001.04.13, 全文, 第1-10図 (ファミリーなし) | 1-5, 7-8 |
| Y | | 6 |
| Y | J P 2002-208129 A (日立マクセル株式会社) 2002.07.26, 段落番号【0026】-【0031】 第1図 &WO 02/39433 A &AU 1274302 A | 6 |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

14.04.2004

国際調査報告の発送日

27.4.2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

鈴木 匡明

5 R

3142

電話番号 03-3581-1101 内線 3565

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|---|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| A | JP 6-224038 A (財団法人電気磁気材料研究所) 1994. 08. 12 段落番号【0006】，【0014】－【0015】 第1－4図 (ファミリーなし) | 1 |
| A | JP 2002-216330 A (株式会社東芝) 2002. 08. 02, 段落番号【0025】－【0035】 第1, 4, 9図 & US 2002-098383 A | 1 |